

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) RU ⁽¹¹⁾ 2 469 118 ⁽¹³⁾ C1

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(51) МПК
[C22C 1/08 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 07.07.2016)

(21)(22) Заявка: [2011127812/02](#), 06.07.2011(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.07.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 06.07.2011

(45) Опубликовано: [10.12.2012](#) Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: КЛЯВИН О.В. и др. Механодинамическая диффузия атомов гелия в пористую медь, Физика твердого тела, 2008, том 50, выпуск 5, с.794-797. КЛЮЕВ В.В. и др. Порообразование в процессе зонной плавки твердого раствора $\text{Cu}_{0.85}\text{Zn}_{0.15}$ (α -латуни), Вестник ВГУ, Серия: Химия, Биология, Фармация, 2009, №2, с.24-27. SU 127410 A, 05.07.1948. KR 100720106 B1, 24.04.2008.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности
Т.В. Маркс

(72) Автор(ы):

Нешов Федор Григорьевич (RU),
Клинов Федор Михайлович (RU),
Шульгин Борис Владимирович (RU),
Ищенко Алексей Владимирович (RU),
Черепанов Николай Александрович (RU),
Зырянов Степан Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОЙ МЕДИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области получения пористых структур на основе меди, пригодных для использования в энергосберегающих технологиях для изготовления тепло- и массообменных аппаратов, а также для создания композиционных материалов. Заявлен способ получения пористой меди. Способ включает разогрев в вакууме исходной α -латуни для формирования расплава. Разогрев и формирование расплава в исходной α -латуни проводят в вакууме при давлении 5×10^{-5} - 10^{-5} мм рт.ст. путем облучения латуни пучком электронов с энергией 8-10 МэВ при токе 7-10 мкА, диаметре пучка 2,5-3 мм и времени облучения 1-2 мин. Получаемую в результате облучения пористую медь подвергают компактированию на воздухе в пресс-формах под давлением 0,5-5 атм в течение 5-30 сек. Способ обеспечивает получение пористой меди высокой степени пористости, недостижимой при использовании термохимических методов. 1 з.п. ф-лы, 1 ил., 4 пр.

Изобретение относится к области получения пористых структур на основе меди (α -латуни), пригодных для использования в энергосберегающих технологиях для изготовления тепло- и массообменных аппаратов, а также для создания композиционных материалов.

Традиционным способом получения пористой меди является длительный термический отжиг латуни (до 8 часов) при температуре ниже температуры плавления (В.В. Ключев и др. Порообразование в процессе зонной плавки твердого раствора $\text{Cu}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}$ (α -латуни). Вестник Воронежского университета. Серия: химия, биология, фармация. 2009. №2. с.24-27). Однако этот известный способ, связанный с термическим отжигом латуни, не обеспечивает высокой степени пористости конечного продукта, требует длительного нагрева латуни в целом большого времени (до 8 часов) для своего осуществления.

Известен способ получения пористой меди с применением процедуры термообработки (О.П. Кошечев. Патент РФ №1777289, заявл. 10.12.1990, опубл. 27.01.1995, МПК В322F 3/10). Сущность известного способа: поверхность полиуретана обрабатывают в растворе едкого натра, пропитывают спиртовым раствором хлористого палладия, сушат и осаждают на него медь из раствора, содержащего 100-120 г/л сульфата меди (пентагидрата), 45-54 г/л глицерина, 75-90 г/л гидроокиси натрия, 60-72 мл/л 40%-ного формалина. После чего проводят термообработку с целью удаления полиуретана. Однако известный способ не обеспечивает получения пористой меди с высокой степенью пористости.

Известен способ получения пористой меди методом зонного локального разогрева заданного участка исходного образца латуни (В.В. Ключев и др. Порообразование в процессе зонной плавки твердого раствора $\text{Cu}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}$ (α -латуни). (*Латунь, содержащая в своем составе цинка от 0,5% до 40%, имеет структуру твердого раствора α -латуни)). Вестник Воронежского университета. Серия: химия, биология, фармация. 2009. №2. с.24-27). В рамках этого способа вначале получают монокристалл твердого раствора $\text{Cu}_{0,85}\text{Zn}_{0,15}$ (α -латуни) длиной 5 см из смеси компонентов, соответствующей вышеупомянутой формуле, смесь расплавляют в кварцевой ампуле, вакуумированной до 10^{-5} мм рт.ст. и выдерживают при температуре 1360 К в течение 5 часов до получения однородного твердого раствора. Затем проводят локальный зонный разогрев до плавления участка исходного образца латуни и последующее перемещение расплавленной зоны по всей длине образца, то есть проводят зонную плавку полученного образца твердого раствора в один проход зоны при температуре расплава в зоне 1360 К, при ширине зоны 8 мм и скорости перемещения зоны 6 мм/ч. После этого получаемые образцы α -латуни как на поверхности, так и в объеме имели пористую структуру в макро-, микро- и наномасштабах. Порообразование в образце латуни происходит в результате появления паров летучего компонента - цинка и его селективного испарения.

В процессе зонной плавки в исходном образце латуни происходит уменьшение летучего компонента цинка с ~15 до ~12 ат.%. Однако степень пористости получаемой пористой меди, оцененная по убыли летучего компонента цинка, дает значение степени пористости порядка ~3%. Низкая степень пористости является главным недостатком известного способа получения пористой меди. Другим недостатком известного термохимического способа получения пористой меди является его низкая экспрессность: требуемое время термообработки составляет от 8 до 13 часов.

Наиболее близким к заявляемому является известный способ получения пористой меди, включающий разогрев в вакууме исходной α -латуни для формирования расплава (О.В. Клявин, В.И. Николаев, Б.И. Смирнов и др. / Механодинамическая диффузия атомов гелия в пористую медь. // Физика твердого тела, 2008, том 50, выпуск 5, с.794-797). В рамках известного способа пористую медь получают путем испарения цинка из исходной латуни в вакууме при температуре 800°C в течение 8 часов. Исходная латунь содержала 24 вес.% Zn+4 вес.% примесей. 72 вес.% составляла медь. После указанной термохимической обработки исходной α -латуни содержание цинка в сплаве снизилось с 24 вес.% до 14 вес.%. Сплав, получаемый после термохимической обработки, авторы стали называть пористой медью. Однако степень пористости пористой меди, получаемой по известному способу, оказалась недостаточно высокой, равная по оценке всего 13%.

Более эффективными, нежели термохимические, способами изменения структуры цветных металлов и их сплавов, в частности способов получения пористых структур, представляются особые физические способы (по классу МПК С22F 3/00), например, такие как радиационная обработка материалов. Выбор именно такого подхода при

разработке нового предлагаемого способа получения пористой меди был определен поставленной задачей.

Задачей изобретения является разработка достаточно быстрого способа получения пористой меди с повышенной степенью пористости.

Предлагаемый для решения этой задачи способ получения пористой меди включает разогрев в вакууме исходной α -латуни для формирования расплава, причем разогрев и формирование расплава в исходной α -латуни проводят в вакууме при давлении $5 \cdot 10^{-5}$ – 10^{-5} мм рт.ст. путем облучения латуни пучком электронов с энергией 8–10 МэВ при токе 7–10 мкА, диаметре пучка 2,5–3 мм и времени облучения 1–2 мин, получаемую в результате облучения пористую медь компактируют на воздухе в пресс-формах под давлением 0,5–5 атм в течение 5–30 сек для придания ей необходимой для конкретного применения формы.

Сущность изобретения заключается в следующем. Получение пористой меди по предлагаемому способу начинают с разогрева исходной α -латуни в вакууме для формирования расплава, причем разогрев и формирование расплава исходной α -латуни осуществляют в вакууме $5 \cdot 10^{-5}$ – 10^{-5} мм рт.ст. путем облучения ее пучком ускоренных электронов с энергией 8–10 МэВ при токе 7–10 мкА, диаметре пучка 2,5–3 мм и времени облучения 1–2 мин. Такие режимы облучения обеспечивают образование в месте расплава дендритоподобной пористой меди, процесс образования которой происходит благодаря интенсивному расплаву исходной латуни. Формирование расплава осуществляется благодаря воздействию высокоэнергетичного пучка электронов с высокой плотностью потерь энергии dE/dx на единицу длины пробега электронов. Вследствие высокой плотности энергии, выделяемой на единицу длины пробега электронов в образце, процессы разогрева атомов весьма летучего компонента - цинка и их испарение происходят взрывообразно. Пары летучего компонента цинка (его температура плавления равна 419°C) образуются внутри облучаемого образца α -латуни практически мгновенно (α -латунь содержит от 99% до 60% меди, температура плавления которой равна 1083°C), происходит быстрый, фактически взрывной абляционный процесс испарения атомов цинка. За 1–2 минуты испаряется до 80–85% цинка от его исходного содержания в латуни. Испаряющиеся из расплавленного участка образца атомы цинка увлекают за собой медные частицы и вызывают вскипание расплавленного участка. В итоге за 1–2 минуты облучения на поверхности исходного образца латуни образуется дендритообразная пористая медь в виде вспененного объемного клубка-кокона из дендритов меди, кокона, похожего на медную вату с очень высокой степенью пористости, достигающей $30 \div 34\%$.

Далее дендритоподобную пористую медь, получаемую в результате облучения, подвергают компактированию в пресс-формах на воздухе под давлением 0,5–5 атм в течение 5–30 сек для придания ей заданной формы (пластина, шайба, куб-гексаэдр, призма, октаэдр, (ди)пирамида, цилиндр и др.), нужной для конкретного применения.

Способ иллюстрируется следующими примерами выполнения.

Примеры 1–3. Способ получения пористой меди.

Разогрев образца исходной α -латуни в виде шайбы диаметром 24 мм, толщиной 4 мм, близкой по составу к латуни марки ЛЦ40 с содержанием цинка $39,42 \pm 0,326\%$ (по данным элементного анализа, проведенного с помощью портативного рентгенофлуоресцентного анализатора «Мет-Эксперт фирмы ЗАО «Южполиметалл-Холдинг») и формирование на нем расплава проводят в вакууме $5 \cdot 10^{-5}$ – 10^{-5} мм рт.ст. путем облучения латуни пучком ускоренных электронов с энергией 8 МэВ, 9 МэВ и 10 МэВ при токе 7 и 10 микроампер, диаметре пучка 2,5–3 мм и времени облучения 1–2 мин. В качестве источника электронов использовали ускоритель микротрон М-20 Уральского федерального университета (УрФУ). Осуществляли облучение следующим образом. Пучок ускоренных электронов через тонкую металлическую фольгу выводили за пределы ускорительной камеры микротрона и направляли на исходный образец латуни, установленный в вакуумной камере при давлении $5 \cdot 10^{-5}$ – 10^{-5} мм рт.ст. Через 1–2 минуты после начала облучения выбранный участок исходного образца вскипал, на его поверхности образовывалась бесформенная дендритоподобная пористая медь в виде вспененного объемного клубка-кокона из дендритов меди, похожего на медную вату. Фиг.1, а,б,г. Элементный анализ состава полученного клубка-кокона из дендритов меди показал, что содержание цинка в образце уменьшилось с $39,42 \pm 0,326\%$ (исходный образец) до $5,48 \pm 0,14\%$ (конечный продукт). Оценка степени пористости полученного дендритоподобного образца пористой меди, проведенная по убыли цинка, дает значение пористости полученного продукта на уровне $30 \div 34\%$.

Полученную после лучевой обработки в вакууме дендритоподобную пористую медь извлекают из камеры облучения и подвергают компактированию в пресс-формах для придания ей заданной формы, например формы пластины, куба, призмы (параллелепипеда), октаэдра, (ди)пирамиды, цилиндра, шайбы. Компактирование проводят в течение 5-30 секунд при давлении 1-2 атм. На Фиг.1в приведен образец пористой меди в форме призмы-параллелепипеда размерами $25 \times 34 \times 7$ мм³, полученный после обжатия в соответствующей пресс-форме под давлением 2 атм в течение 30 секунд. Степень пористости пористой меди при этом уменьшилась с 30% до 27-28%.

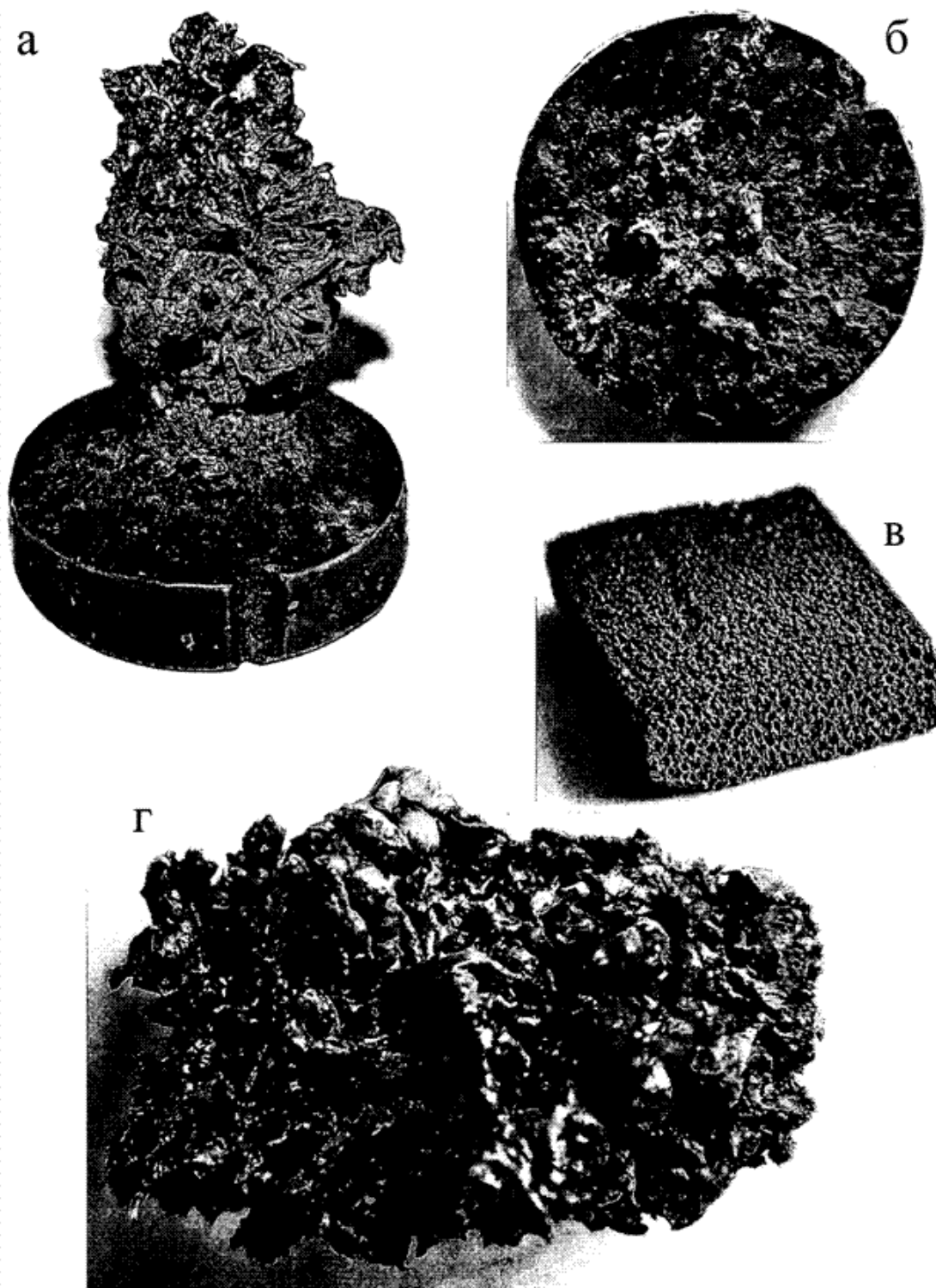
Пример 4. Исходный образец α -латуни (шайба диаметром 24 мм, толщиной 4 мм), близкий по составу к латуни марки ЛЦ40 с содержанием цинка $39,42 \pm 0,326\%$ облучали пучком ускоренных электронов с энергией 10 МэВ, но при уменьшенных на два порядка токах 30-80 наноампер, диаметре пучка электронов 2,5-3 мм и времени облучения от 1-2 мин до 30 мин. В качестве ускорителя использовали микротрон М-20 УрФУ, что и в примерах 1-3. Пучок ускоренных электронов, имевший на выходе из ускорителя ток 30-80 наноампер, выведенный за пределы ускорительной камеры микротрона через тонкую металлическую фольгу, направляли на исходную латунную мишень, установленную в вакуумной камере облучения при давлении 10^{-5} мм рт.ст. Образец при таком малом токе не вскипал. Не только через 1-2 минуты, но и даже через 10-30 минут облучения процессов взрывной абляции (испарения) цинка не наблюдалось. На поверхности исходного образца латуни образовывалось лишь тонкое (толщиной несколько микрон) покрытие из цинка, выделяемого из объема образца. Степень пористости полученного образца пористой латуни-меди, облученного в слаботочном наноамперном режиме, невысокая. Она не превышает десятых долей процента.

В заключение следует отметить, что предлагаемый способ обеспечивает получение нового технического эффекта: при достаточно высокой экспрессности обеспечивает получение пористой меди с высокой степенью пористости (27-34%).

Формула изобретения

1. Способ получения пористой меди, включающий разогрев в вакууме исходной α -латуни для формирования расплава, отличающийся тем, что разогрев и формирование расплава в исходной α -латуни проводят в вакууме при давлении $5 \cdot 10^{-5}$ - 10^{-5} мм рт.ст. путем облучения латуни пучком электронов с энергией 8-10 МэВ при токе 7-10 мкА, диаметре пучка 2,5-3 мм и времени облучения 1-2 мин.

2. Способ получения пористой меди по п.1, отличающийся тем, что получаемую в результате облучения пористую медь подвергают компактированию на воздухе в прессформах под давлением 0,5-5 атм в течение 5-30 с.



Фиг. 1

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **07.07.2013**

Дата публикации: [27.05.2014](#)

